

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

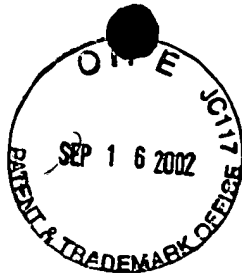
Defective images within this document are accurate representation of
The original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



(19)

(11) Publication number:

63185052 A

Generated Document.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(21) Application number: **62015996**(51) Intl. Cl.: **H01L 27/01 H01C 7/00**(22) Application date: **28.01.87**

(30) Priority:

(43) Date of application
publication: **30.07.88**(84) Designated contracting
states:(71) Applicant: **mitsui mining & smelting co
ltd**(72) Inventor: **sugishita takao
watanabe hiroschi
ishihara satoru**

(74) Representative:

**(54) TANTALUM METAL
THIN FILM CIRCUIT**

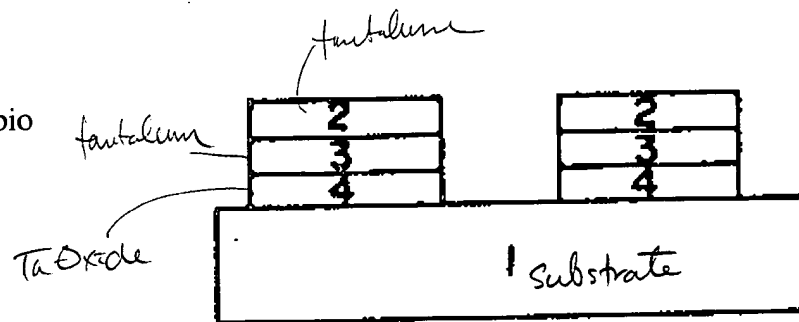
(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a stable film characterized by high peeling strength with a substrate and low surface resistance, by forming tantalum films, in which two layers of tantalum metal thin films are provided and the main component of the tantalum layer on the surface side is α -tantalum.

CONSTITUTION: A tantalum layer 3 on the side of substrate and a tantalum layer 2 on the surface side are sequentially formed by a sputtering method. In order to form the tantalum layer 3 on the substrate side, whose main component is β -tantalum, sputtering pressure is adjusted so that the partial pressure of nitrogen gas in discharge gas during the sputtering is 10^{-4} Torr with the temperature of the glass substrate at about 200°C, and input power is made to be 1 KW. Thus the

sputtering is carried out. In order to form the tantalum layer 2 on the surface side, whose main component is α -tantalum, sputtering pressure is adjusted so that the partial pressure of the nitrogen gas in the discharge gas during the sputtering is 10^{-3} – 10^{-4} Torr with the temperature of the glass substrate as about 200°C , and input power is made to be 0.75 KW. Thus the sputtering is carried out. A tightly contacting film of tantalum oxide 4 is introduced between the substrate 1 and the tantalum layer 3 on the side of the substrate, and the peeling strength with the substrate is increased.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio



⑫ 公開特許公報(A)

昭63-185052

⑬ Int. Cl.

H 01 L 27/01
H 01 C 7/00

⑭ 識別記号

311

⑮ 庁内整理番号

5655-5F
C-8525-5E

⑯ 公開 昭和63年(1988)7月30日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑰ 発明の名称 タンタル金属薄膜回路

⑱ 特 願 昭62-15996

⑲ 出 願 昭62(1987)1月28日

⑳ 発 明 者 杉 下 隆 雄 埼玉県浦和市常盤10-23-9
㉑ 発 明 者 渡 辺 弘 埼玉県上尾市緑丘3-3-60
㉒ 発 明 者 石 原 哲 埼玉県上尾市大谷本郷649-6
㉓ 出 願 人 三井金属鉱業株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目1番地1
㉔ 代 理 人 弁理士 伊 東 辰 雄 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

タンタル金属薄膜回路

2. 特許請求の範囲

1. 絶縁体基板または半導体基板上にタンタル金属薄膜回路を形成するに際し、該タンタル金属薄膜が2層からなり、表面側のタンタル膜が α -タンタルを主体とするタンタル膜からなることを特徴とするタンタル金属薄膜回路。

2. 前記タンタル金属薄膜がスパッタリング法により得られる特許範囲第1項に記載のタンタル金属薄膜回路。

3. 前記基板と基板側のタンタル膜の間に酸化タンタル膜を設けた特許請求の範囲第1項または第2項に記載のタンタル金属薄膜回路。

3. 発明の産業上の利用分野

[産業上の利用分野]

本発明はタンタル金属薄膜回路に関し、特にタンタル金属薄膜を2層構造とすることによって、基板との剥離強度、表面抵抗を改善して長寿命化

させ、信頼性を顕著に向上させた金属タンタル薄膜回路に関する。

[従来技術]

従来、薄膜回路においては、金属薄膜として銅、ニッケルおよびクロムなどが使用されているが、これらの金属薄膜は、高温、高湿度下で電界が印加された場合には、高い電位側の金属が水の介在により、電気的な作用で溶け出すことにより腐食が発生する。

また、銅、ニッケルなどの金属を使用して形成した薄膜回路は、高温低温の温度サイクルの繰り返しによって基板から金属薄膜が剥離しやすいという欠点を有していた。

この腐食や剥離の現象により、これらの金属薄膜を用いた回路は極めて信頼性に欠けるものとなっていた。

[発明が解決しようとする課題]

本発明の目的は、このような従来技術の欠点を克服し、薄膜としての電気的特性を維持しつつ、その密着性および抵抗値を改善し、長寿命化させて

著しく信頼性を向上させた、金属タンタル薄膜回路を提供することにある。

【発明の経緯】

本発明者等は、上記従来技術の問題点を解決するために、先に、耐食性および基板と金属薄膜との密着性の向上を目的として種々検討した結果、タンタル、チタンまたはスズを用いた金属薄膜回路とすることで耐食性および基板との剥離強度を顕著に改善する発明を完成した。

これらの研究をさらに進めるため、本発明者等は、ガラス基板上にスパッタリングによりタンタル膜を2000Åの厚みで形成したところ、スパッタリング条件（スパッタ圧力、スパッタガス流量、印加電圧）を一定にしているにも拘わらず、タンタル膜の抵抗値およびタンタル膜の付着力にバラツキがあるので、この原因について広い角度から調査した。

この結果、同一のスパッタリング条件でスパッタしているにも拘わらず、生成したタンタル膜はα型結晶構造（体心立方構造）とβ型結晶構造

（正方晶構造）およびそれらが混在しているものがあることが判明した。

そこで、スパッタリングガス中に窒素ガスを混入させてタンタル膜の結晶構造を制御する公知の方法により、α、β、(α+β)の3タイプのタンタル膜を作り、そのガラスに対する付着力を調べた。その結果、α-タンタルは抵抗は低いが相対的にガラスとの剥離強度が小さく、β-タンタルは抵抗は高いが相対的にガラスとの剥離強度が大きいという相反する性質を持つことが判った。

【問題点を解決するための手段および作用】

そこで本発明者等は、基板との剥離強度が強く、表面抵抗が低くかつ安定した膜となるような種々のタイプのタンタル薄膜回路を作成して鋭意検討を重ねた結果、上記目的が達成できることを知見して、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、絶縁体基板、半導体基板にタンタル金属薄膜回路を形成するに際し、該タンタル金属薄膜が2層からなり、表面側のタンタル膜がα-タンタルを主体とするタンタル膜からな

ることを特徴とするタンタル金属薄膜回路である。

以下、本発明を図面に基いて詳細に説明する。

第1図および第2図は、本発明による金属薄膜回路の一例を示す構造図で、1は絶縁体、半導体などからなる基板であり、2は表面側のタンタル膜、3は基板側のタンタル膜、4は Ta_2O_5 膜である。

ここに用いられる基板1としては、ガラス、アルミナ、窒化アルミニウムなどの絶縁体基板、ポリイミド、エポキシ樹脂、ポリエステル、ポリブタジエンなどの樹脂基板、シリコンやゲルマニウムなどの単体半導体、ガリウム-ヒ素、インジウム-アンチモンなどの化合物半導体基板があり、その他に Fe_2O_3 、 SnO_2 、 $BaTiO_3$ などの金属酸化物半導体基板や $LiNbO_3$ などの電光性基板が挙げられる。

本発明においては、表面側のタンタル膜2としてα-タンタルを主体としたタンタル膜を用いる。ここでいうα-タンタルを主体としたタンタル膜とは、α-タンタルを少なくとも50%以上含有す

るタンタル膜である。

また、基板側のタンタル膜3としては、β-タンタルを50%以上含むβ-タンタルを主体としたタンタル膜が好ましく用いられる。この基板側のタンタル膜3として、α-タンタルを主体としたタンタル膜を用いてもよいが、少なくともβ-タンタルを30%以上含有し、しかも表面側のタンタル膜2よりもβ-タンタルの含有量が多いことが必要である。

このような2層からなるタンタル金属薄膜回路の形成法としては、スパッタリング法により、基板温度、雰囲気ガス組成、スパッタリングガス圧力および印加電圧を適宜調整して、基板側のタンタル膜3、表面側のタンタル膜2を順次形成する。例えば、基板側のタンタル膜3としてβ-タンタルを主体とするタンタル膜を形成する場合には、ガラス基板の温度を約200℃とし、スパッタリング中の放電ガスの窒素ガスの分圧が 10^{-4} Torr以下となるようにスパッタリング圧力を調整し、投入パワーを1KWとしてスパッタリングを行なう

ことにより得られる。また、表面側のタンタル膜2として α -タンタルを主体とするタンタル膜を形成する場合には、ガラス基板の温度を約200℃とし、スパッタリング中の放電ガスの酸素ガスの分圧が $10^{-3} \sim 10^{-4}$ Torr となるようにスパッタリング圧力を調整し、投入パワーを0.75 KWとしてスパッタリングを行なうことにより得られる。なお、スパッタリング法以外の真空蒸着法を始めとする他の物理的形成法でもタンタル金属薄膜を形成することができる。

また、本発明の金属薄膜回路においては、第2図に示されるように、基板1と基板側のタンタル膜3の間に酸化タンタル(Ta_2O_5)4の阻膜を導入することにより、さらに基板との剥離強度を強化することができる。

このように本発明は、表面側のタンタル膜2として α -タンタルを主体としたタンタル膜を用い、基板側のタンタル膜3として表面側のタンタル膜2よりも β -タンタルの多いタンタル膜、好ましくは β -タンタルを主体としたタンタル膜を用い

るものであるが、このことは第3図に繼承されるように、タンタルの結晶構造に起因する特性の相違に着目したものである。すなわち、第3図はタンタル膜の結晶構造と体積抵抗率およびガラス基板の剥離強度との関係を示したものであるが、タンタル膜中の α -タンタルの含有量が多くなるに従って、体積抵抗率は低下するが、相対的に剥離強度が小さくなる。一方、タンタル膜中の β -タンタルの含有量が多くなるに従って、体積抵抗率は増大するが、相対的に剥離強度が大きくなるという傾向がある。

従って、本発明のように、タンタル金属薄膜を2層として、所望の特性を有するタンタル膜を組み合わせることによって、基板との剥離強度に關れ、しかも低抵抗率を有する金属薄膜回路が得られるのである。

【実施例】

以下、本発明を実施例および比較例によりさらに具体的に説明する。

実施例1

超音波洗浄にて洗浄された青板ガラス上にスパッタリング装置を用いてアルゴンガス単独で、スパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー1KW、基板温度200℃にて、基板側のタンタル膜として β -タンタルを主体とするタンタル膜を1000Å成膜し、続いて、 $Ar : N_2 \approx 100 : 1$ にてスパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー0.75 KW、基板温度200℃にて、表面側のタンタル膜として α -タンタルを主体とするタンタル膜を1000Å成膜し、2層構造とした。このようにして得られたタンタル金属薄膜をリソグラフィーによりパターンニングしたところ、ピール剥離強度が大きく、基板との剥離もなく良好なタンタル金属薄膜パターンが得られた。また、表面抵抗を測定したところ40Ωと低い抵抗値であった。

実施例2

超音波洗浄にて洗浄された青板ガラス上にスパッタリング装置を用いて、 $Ar : O_2 \approx 4 : 1$ とし、スパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー1KW、

基板温度200℃にて反応スパッタにより酸化タンタル(Ta_2O_5)を200Å成膜し、その膜の上にアルゴンガス単独で、スパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー1KW、基板温度200℃にて、表面側のタンタル膜として β -タンタルを主体とするタンタル膜を1000Å成膜し、続いて $Ar : N_2 \approx 100 : 1$ にてスパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー0.75 KW、基板温度200℃にて、表面側のタンタル膜としての α -タンタルを主体とするタンタル膜を1000Å成膜して、2層構造とした。このようにして得られたタンタル金属薄膜をリソグラフィーによりパターンニングしたところ、ピール剥離強度が実施例1よりもさらに大きく、基板との剥離もなく良好なタンタル金属薄膜パターンが得られた。また、表面抵抗を測定したところ40Ωと低い抵抗値であった。

比較例1

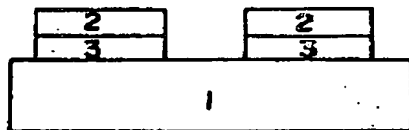
超音波洗浄にて洗浄された青板ガラス上にスパッタリング装置を用いて、 $Ar : N_2 \approx 100 : 1$ のガスをスパッタ圧力 1×10^{-4} Torr、投入パワー1

KW、基板温度 200℃にて、実質的に α -タンタルからなるタンタル膜を2000Å成膜した。このようにして得られたタンタル金属薄膜をリソグラフィによりパターンニングしたところ、剥離する割合があった。

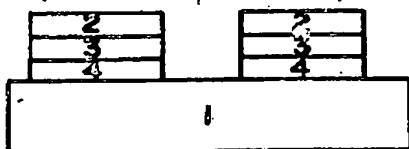
比較例 2

超音波洗浄にて洗浄された基板ガラス上にスパッタリング装置を用いて、アルゴンガス単独でスパッタ圧力1mTorr、投入パワー 1KW、基板温度 200℃にて、実質的に β -タンタルからなるタンタル膜を2000Å成膜した。

このようにして得られたタンタル金属薄膜をリソグラフィによりパターンニングしたところ、ピール剥離強度が大きく、基板との剥離もなく良好なタンタル金属薄膜パターンが得られた。ところが、60℃程度でエージングしたところ表面抵抗が増大し、テストで軽く当たるとMΩオーダーであり、強く当たると100Ω程度となり、わずかに表面近傍の酸化が進んでいることが確認された。



第 1 図



第 2 図

【発明の効果】

以上の説明から明らかなように、本発明のタンタル金属薄膜回路は、表面抵抗が低く、しかも基板との剥離強度に因れることから、信頼性の極めて高いタンタル金属薄膜回路として好適に用いられる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、タンタル膜の結晶構造と体積抵抗率および基板との剥離強度の関係を示す図、

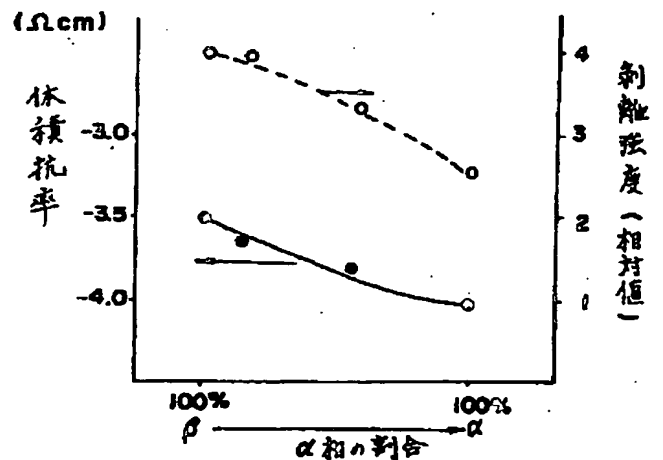
第2図および第3図は、本発明のタンタル金属薄膜回路の一実施例をそれぞれ示す断面図。

- 1 : ガラス基板、
- 2 : 表面側のタンタル膜、
- 3 : 基板側のタンタル膜、
- 4 : Ta : O₂ 膜。

特許出願人 三井金属鉱業株式会社

代理人 弁理士 伊東 辰雄

代理人 弁理士 伊東 哲也



Ta 膜の結晶構造と体積抵抗率
および剥離強度

第 3 図

整理番号 DP990140

発送番号 248344

発送日 平成14年 8月 6日 1 / 3



拒絶理由通知書

特許出願の番号	平成11年 特許願 第248932号
起案日	平成14年 7月24日
特許庁審査官	清水 稔 3248 5W00
特許出願人代理人	宮▼崎▲ 主税 様
適用条文	第29条第2項、第36条

この出願は、次の理由によって拒絶をすべきものである。これについて意見があれば、この通知書の発送の日から60日以内に意見書を提出して下さい。

理 由

A. この出願の下記の請求項に係る発明は、その出願前日本国内又は外国において頒布された下記の刊行物に記載された発明に基いて、その出願前にその発明の属する技術の分野における通常の知識を有する者が容易に発明をすることができたものであるから、特許法第29条第2項の規定により特許を受けることができない。

記

引例1：特開昭63-185052号公報

請求項：1、5、6

引例：1

備考：

引例1には、金属薄膜パターンの抵抗値及び剥離強度を改善するために下地層を介し、 α -タンタルをスパッタリングにより形成することが記載されている。

また、弾性表面波装置は半導体技術を応用して作製されるものであって、弾性表面波装置においても、IDT電極の抵抗値及び密着強度を改善すべきことは周知の課題であるから、上記引例1に記載された金属薄膜パターンを、弾性表面波装置のIDT電極として用いることは当業者にとって容易である。

なお、その際、下地層の厚みをどのようにするかは、IDT電極に必要とされる抵抗値を考慮して当業者が適宜定めるべきことであるから、例えばこれを3nm以上とすることは、当業者にとって単なる設計的事項にすぎない。



B. この出願は、特許請求の範囲の記載が下記の点で、特許法第36条第6項第2号に規定する要件を満たしていない。

記

請求項：2～4

備考：

本願の請求項2～4には、「金属薄膜の少なくとも一部がチタン」と記載されているが、「少なくとも」とは如何なる意味か（ α -タンタルに接する層の意味か？）不明瞭であるため、本願の請求項2～4に係る発明の記載は明確ではない。

（平成14年7月17日付けにFAXにて送付された下記補正書について、請求項1、5に係る発明については上記した拒絶の理由があてはまる。また、請求項2～4に係る発明については、現時点では拒絶の理由を発見しない。拒絶の理由が新たに発見された場合には拒絶の理由が通知される。）

【請求項1】 圧電基板と、前記圧電基板に形成された少なくとも1つのインターデジタル電極とを有し、前記インターデジタル電極が下地となる第1の金属薄膜と、第1の金属薄膜上に積層されている第2の金属薄膜とを有し、第2の金属薄膜が α -タンタルであることを特徴とする、弾性表面波装置。

【請求項2】 前記第1の金属薄膜がチタンにより構成されていることを特徴とする、請求項1に記載の弾性表面波装置。

【請求項3】 前記第1の金属薄膜が複数の金属薄膜が積層されている積層金属膜であり、該積層金属膜の最上層の金属薄膜がチタンからなることを特徴とする、請求項1に記載の弾性表面波装置。

【請求項4】 前記積層金属膜の最上層の金属薄膜以外の金属薄膜が、Au、 α -タンタル、 β -タンタル、W、Ag、Mo、Cu、Ni、Fe、CrまたはZnを主成分とする金属からなることを特徴とする、請求項3に記載の弾性表面波装置。

【請求項5】 前記第1の金属薄膜の厚みが、3nm以上であることを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の弾性表面波装置。

【請求項6】 圧電基板上に、前記第1の金属薄膜及び第2の金属薄膜をスパッタまたは蒸着により成膜することを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の弾性表面波装置の製造方法。

この拒絶理由通知の内容に関するお問い合わせ、または面接のご希望がございましたら下記までご連絡下さい。

特許審査第4部 審査官 清水 稔 審査官補 井上 弘亘
TEL. 03 (3581) 1101 内線 6441
FAX. 03 (3501) 0699

先行技術文献調査結果の記録

- ・調査した分野 IPC第7版 H03H 9/145
 H03H 3/08
 H03L 27/01
- ・先行技術文献 特開平9-125231号公報

この先行技術文献調査結果の記録は、拒絶理由を構成するものではない。